

51

Int. Cl.:

C 07 d, 55/20

D 061, 3/12

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DEUTSCHES PATENTAMT

52

Deutsche Kl.:

12 p, 10/05

8 i, 1

~~DEUTSCHE PATENT- UND  
MARKEN- AUSSTELLUNG  
IN DER  
BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND~~

10

# Offenlegungsschrift 1955 431

21

Aktenzeichen: P 19 55 431.5

22

Anmeldetag: 4. November 1969

43

Offenlegungstag: 6. Mai 1971

Ausstellungsriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Optisches Aufhellungsmittel

61

Zusatz zu: —

52

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Henkel & Cie GmbH, 4000 Düsseldorf-Holthausen

Vertreter: —

72

Als Erfinder benannt: Möller, Hinrich, Dr., 4019 Monheim-Hitdorf;  
Bloching, Helmut, Dr., 4010 Hilden; Werner, Claus, Dr., 5657 Haan

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

ORIGINAL INSPECTED

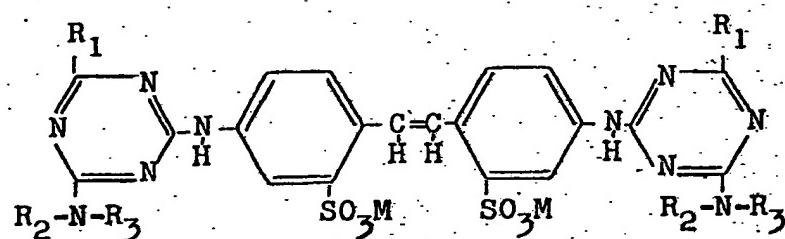
Patentabteilung  
Dr. Wa/Ml

## Patent anmeldung

D 3851

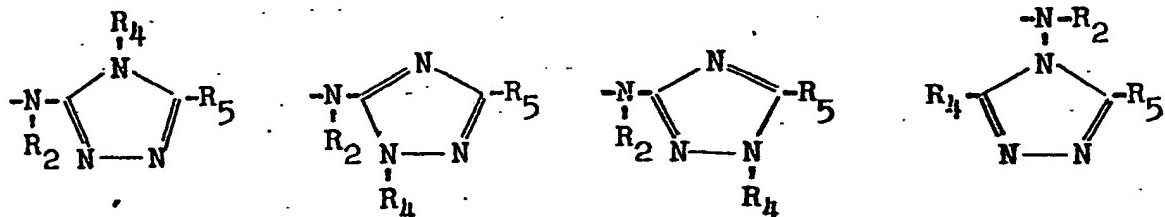
"Optisches Aufhellungsmittel"

Gegenstand der Erfindung sind optische Aufhellungsmittel, bestehend aus einem 4,4'-Bis-triazinylamino-stilben-2,2'-disulfonsäurederivat der Formel



in der M für Wasserstoff, ein Alkalimetall oder eine Ammoniumgruppe, R<sub>1</sub> für -NH<sub>2</sub>, -NHC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, -NH-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-SO<sub>3</sub>M, -NH-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-COOM, -NHC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH, -NCH<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH, -N(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH)<sub>2</sub> oder eine Morpholinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff, eine Alkyl- oder Alkylenphenylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen in der Alkyl- bzw. Alkylengruppe und R<sub>3</sub> für eine s-Triazolgruppe steht, wobei die Triazolgruppe gegebenenfalls durch eine oder zwei Alkylgruppen mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen, eine oder zwei Phenylgruppen oder eine Carboxylgruppe substituiert sein kann.

Die in der vorstehenden Formel enthaltene Gruppe  $R_2-N-R_3$  kann demnach einer der folgenden isomeren Strukturen entsprechen:



in denen die Gruppen  $R_4$  und  $R_5$  entweder Wasserstoff, eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen oder eine Phenylgruppe bedeuten bzw. eine der Gruppen  $R_4$  und  $R_5$  für eine Carboxylgruppe steht.

Beispiele für die Gruppierung  $R_2-N-R_3$  sind:

- s-Triazol-3-ylamino-
- s-Triazol-4-ylamino-
- 5-Phenyl-s-triazol-3-ylamino-
- 5-Phenyl-s-triazol-4-ylamino-
- 5-Methyl-s-triazol-4-ylamino-
- 5-Carboxy-s-triazol-3-ylamino-
- 5-Carboxy-s-triazol-4-ylamino-
- 1-Phenyl-5-carboxy-s-triazol-3-ylamino-
- 1-Methyl-5-carboxy-s-triazol-3-ylamino-
- N-Methyl-s-triazol-3-ylamino-
- N-Benzyl-s-triazol-3-ylamino-
- N-Benzyl-5-carboxy-s-triazol-3-ylamino-

Die Herstellung der Aufhellungsmittel erfolgt in an sich bekannter Weise, beispielsweise dadurch, daß man Cyanurchlorid mit 4,4'-Diaminostilben-2,2'-disulfonsäure im Molverhältnis 2 : 1 umsetzt. Das erhaltene Umsetzungsprodukt wird, vorzugsweise im alkalischen Milieu, mit einer der beiden vorgesehenen Aminoverbindungen, beispielsweise dem ggf. substituierten 3-Amino-s-triazol bzw. 4-Amino-s-triazol im Molverhältnis 1 : 2 kondensiert. Anschließend wird das erhaltene Produkt mit der zweiten Aminoverbindung, im vorliegenden Falle einem Amin der Formel  $R_1H$ , im Molverhältnis 1 : 2 bis 1 : 3 umgesetzt. Die Zugabe des Aminotriazols bzw. des Amins der Formel  $R_1H$  kann auch in umgekehrter Reihenfolge geschehen. Zweckmäßigerweise wird die an zweiter Stelle zugefügte Aminoverbindung im Überschuß angewendet, um eine beschleunigte, quantitative Umsetzung zu erzielen. Beispiele für Amine der Formel  $R_1H$  sind Anilin, p-Sulfanilsäure, p-Aminobenzoësäure, Morpholin, Äthanolamin, Diäthanolamin und N-Methyläthanolamin. Aus den Lösungen können die Salze der erfindungsgemäßen optischen Aufheller durch Zusatz von Neutralsalzen ausgesalzt werden. Im Falle der bevorzugt zu verwendenden Natriumsalze wird hierzu zweckmäßigerweise Natriumchlorid verwendet.

Die optischen Aufheller können in üblicher Weise zur Anwendung gelangen. Sie eignen sich zum Aufhellen von Textilmaterialien aus Cellulosefasern, Wolle und synthetischen Polyamiden, von Papieren, Kunststofffolien, Seifen und kosmetischen Präparaten. Sie können mit Vorteil in Waschmitteln, Nachspülmitteln und Steifungsmitteln eingesetzt werden und zeigen auf den damit behandelten Textilien eine reinweiße Fluoreszenz. Herzuheben ist ihre gute Löslichkeit in Wasser, Waschmittellösungen und konzentrierten Waschmittelansätzen, was für eine schnelle und homogene Verteilung und eine leichte Verarbeitung bzw. ein gleichmäßiges Aufziehen auf das zu behandelnde Textilmaterial von Bedeutung ist. Ein besonderer Vorteil ist ihre gute Verträglichkeit mit höhermolekularen quartären Ammoniumsalzen, wie sie in Textilweichmachungsmitteln üblicherweise verwendet werden. Im Gegensatz zu den meisten

109819/2223

- 4 -

BAD ORIGINAL

bekannten Aufhellern mit einem Gehalt an anionischen Gruppen tritt bei den erfindungsgemäßen Mitteln in Verbindung mit höhermolekularen Quartärsalzen keine nennenswerte Fluoreszenzlösung auf. Sie eignen sich daher besonders zum Einsatz in Haushaltswaschmitteln, nach deren Anwendung üblicherweise mit einem quartären Ammoniumsalze enthaltenden Weichmachungsmittel nachgespült wird sowie als Zusatz zu derartigen Weichmachungsmitteln.

Die für den jeweiligen Verwendungszweck erforderlichen Mengen an Aufhellungsmittel lassen sich durch Vorversuche leicht ermitteln. Im Falle Wasch- bzw. Textilweichmachungsmittel beträgt ihr Anteil zweckmäßigerverweise 0,005 bis 2 Gewichtsprozent, bezogen auf die in diesen Mitteln enthaltenen Feststoffe.

Die erfindungsgemäßen Mittel können ferner mit weiteren bekannten optischen Aufhellern kombiniert werden, beispielsweise solchen vom Typ der 4,4'-Bis-triazinyl-stilbendisulfonate, Naphtotriazolstilbensulfonate, Äthylen-bis-benzimidazole, Äthylen-bis-benzoxazole, Bis-benzoxazolyl-thiophene, N-Dialkylcumarine und insbesondere der substituierten 1,3-Diphenylpyrazoline. Derartige Gemische zeigen in vielen Fällen eine Wirkungssteigerung gegenüber den Einzelkomponenten.

MANFRED GAE

109819/2223

Die erfindungsgemäßen Aufheller können Bestandteil beliebig zusammengesetzter Textilbehandlungsmittel sein.

Unter Textilbehandlungsmitteln werden alle zur Behandlung, d.h. zur Reinigung, Bleichung, Avivierung und Appretierung von Textilfasern, Garnen und Geweben geeigneten Mittel, vorzugsweise jedoch Waschmittel, avivierend wirkende Nachspülmittel sowie Steifungsmittel für Textilien aus Cellulosefasern verstanden. Die Textilwaschmittel weisen ein Gehalt an oberflächenaktiven Waschrohstoffen sowie anorganischen und/oder organischen nichtoberflächenaktiven Aufbausalzen auf und enthalten die erfindungsgemäßen Aufheller in einer bevorzugten Menge von 0,01 bis 1 Gew.-%, bezogen auf Feststoffgehalt. Die Textilweichmachungsmittel enthalten im wesentlichen eine in Wasser dispergierbare, höhermolekulare Ammoniumverbindung, insbesondere ein quartäres Ammoniumsalz. Die Steifungs- und Appreturmittel enthalten im wesentlichen ein in Wasser lösliches bzw. dispergierbares Polymeres natürlichen oder synthetischen Ursprungs. Der auf Feststoffanteil bezogene Gehalt der Weichmachungs-, Steifungs- und Appreturmittel an den erfindungsgemäßen Aufhellern beträgt vorzugsweise 0,01 bis 1 Gew.-%.

Die Wasch- und Reinigungsmittel können übliche anionische Waschrohstoffe vom Sulfonat- oder Sulfattyp enthalten. In erster Linie kommen Alkylbenzolsulfonate, beispielsweise n-Dodecylbenzolsulfonat, in Betracht, ferner Olefinsulfonate, wie sie beispielsweise durch Sulfonierung primärer oder sekundärer aliphatischer Monoolefine mit gasförmigem Schwefeltrioxid und anschließende alkalische oder saure Hydrolyse erhalten werden, sowie Alkylsulfonate, wie sie aus n-Alkanen durch Sulfochlorierung oder Sulfoxidation und anschließende Hydrolyse bzw. Neutralisation oder durch Bisulfitaddition an Olefine erhältlich sind. Geeignet sind ferner  $\alpha$ -Sulfofettsäureester, primäre und sekundäre Alkylsulfate sowie die Sulfate von äthoxylierten oder propoxylierten höhermolekularen Alkoholen. Weitere Verbindungen dieser Klasse, die ggf. in den Waschmitteln vorliegen können, sind die höhermolekularen sulfatierten Partialäther und Partialester von mehrwertigen Alkoholen, wie die Alkalosalze der Monoalkyläther bzw. der Monofettsäureester des Glycerinmonoschwefelsäureesters bzw. der 1,2-Dioxypropansulfonsäure. Ferner kommen Sulfate von äthoxylierten oder propoxylierten Fettsäureamiden und Alkylphenolen sowie Fettsäuretauride und Fettsäureisothionate infrage.

Weitere geeignete anionische Waschrohstoffe sind Alkalseifen von Fettsäuren natürlichen oder synthetischen Ursprungs, z.B. die Natriumseifen von Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren. Als zwitterionische Waschrohstoffe kommen Alkylbetaine und insbesondere Alkylsulfobetaine infrage, z.B. das 3-(N,N-dimethyl-N-alkylammonium)-propan-1-sulfonat und 3-(N,N-dimethyl-N-alkylammonium)-2-hydroxypropan-1-sulfonat.

Die anionischen Waschrohstoffe können in Form der Natrium-, Kalium- und Ammoniumsalze sowie als Salze organischer Basen, wie Mono-, Di- oder Triäthanolamin, vorliegen. Sofern die genannten anionischen und zwitterionischen Verbindungen einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest besitzen, soll dieser bevorzugt geradkettig sein und 8 bis 22 Kohlenstoffatome aufweisen. In den Verbindungen mit einem araliphatischen Kohlenwasserstoffrest enthalten die vorzugsweise unverzweigten Alkylketten im Mittel 6 bis 16 Kohlenstoffatome.

Als nichtionische oberflächenaktive Waschaktivsubstanzen kommen in erster Linie Polyglykolätherderivate von Alkoholen, Fettsäuren und Alkylphenolen infrage, die 3 bis 30 Glykoläthergruppen und 8 bis 20 Kohlenstoffatome im Kohlenwasserstoffrest enthalten. Besonders geeignet sind Polyglykolätherderivate, in denen die Zahl der Äthylenglykoläthergruppen 5 bis 15 beträgt und deren Kohlenwasserstoffreste sich von geradkettigen, primären Alkoholen mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen oder von Alkylphenolen mit einer geradkettigen, 6 bis 14 Kohlenstoffatome aufweisenden Alkylkette ableiten. Durch Anlagerung von 3 bis 15 Mol Propylenoxid an die letztgenannten Polyäthylenglykoläther oder durch Überführen in die Acetale werden Waschmittel erhalten, die sich durch ein besonders geringes Schaumvermögen auszeichnen.

Weitere geeignete nichtionische Waschrohstoffe sind die wasserlöslichen, 20 bis 250 Äthylenglykoläthergruppen und 10 bis 100 Propylenglykoläthergruppen enthaltenden Polyäthylenoxidaddukte an Polypropylenglykol, Äthylendiaminopolypropylenglykol und Alkylpolypropylenglykol mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette. Die genannten Verbindungen enthalten üblicherweise pro Propylen-glykol-Einheit 1 bis 5 Äthylenglykoleinheiten. Auch nichtionische Verbindungen vom Typ der Aminoxide und Sulfoxide, die ggf. auch äthoxyliert sein können, sind verwendbar.

Geeignete Waschmittelbestandteile sind ferner anorganische Reinigungssalze, insbesondere kondensierte Phosphate, wie Pyrophosphate, Triphosphate, Tetraphosphate, Trimetaphosphate, Tetrametaphosphate sowie höherkondensierte Phosphate in Form der neutralen oder sauren Natrium-, Kalium- oder Ammoniumsalze. Vorzugsweise werden Alkalitriphosphate und ihre Gemische mit Pyrophosphaten verwendet. Weiterhin kommen Silikate in Frage, insbesondere Natriumsilikat, in dem das Verhältnis von  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$  1 : 3,5 bis 1 : 1 beträgt.

Die kondensierten Phosphate können auch ganz oder teilweise durch organische, reinigend wirkende, stickstoff- oder phosphorhaltige Komplexierungsmittel ersetzt sein. Hierzu zählen die Alkali- oder Ammoniumsalze der Nitritotriessigsäure, Äthylendiaminotetraessigsäure, Diäthylentriamino-pentaessigsäure sowie die höheren Homologen der genannten Aminopolycarbonsäure. Geeignete Homologe können beispielsweise durch Polymerisation eines Esters, Amids oder Nitrils des N-Essigsäureaziridins und anschließende Verseifung zu carboxylicsauren Salzen oder durch Umsetzung von Polyaminen mit einem Molekulargewicht von 500 bis 100 000 mit chlor-essigsäuren oder bromessigsäuren Salzen in alkalischem Milieu hergestellt werden. Weitere geeignete Aminopolycarbonsäuren sind Poly-(N- $\beta$ -propionsäure)-äthylenimine vom mittleren Molekulargewicht 500 bis 200 000, die analog den N-Essigsäurederivaten erhältlich sind. Brauchbare phosphorhaltige Komplexierungsmittel sind die Alkali- und Ammoniumsalze von Aminopolyporphonsäuren, insbesondere Aminotri-(methylenphosphonsäure), Äthylendiaminotetra-(methylenphosphonsäure), 1-Hydroxyäthan-1,1-diphosphonsäure, Methylendiphosphonsäure, Äthylendiphosphonsäure sowie der höheren Homologen der genannten Polyphosphonsäuren. Auch Gemische der vorgenannten Komplexierungsmittel sind verwendbar.

Als Mischungsbestandteile kommen weiterhin Neutralsalze, wie Natriumsulfat und Natriumchlorid, sowie Stoffe zur Regelung des pH-Wertes in Betracht, wie Bicarbonate, Carbonate, Borate und Hydroxide des Natriums oder Kaliums, ferner Säuren, wie Milchsäure und Zitronensäure. Die Menge der alkalisch reagierenden Stoffe einschließlich der Alkalisilikate und Phosphate soll so bemessen sein, daß der pH-Wert einer gebrauchsfähigen Lauge für Grobwäsche 9 bis 12 und für Feinwäsche 6 bis 9 beträgt.

Durch geeignete Kombination verschiedener oberflächenaktiver Waschröhrstoffe bzw. Aufbausalze untereinander können in vielen Fällen Wirkungssteigerungen, beispielsweise eine verbesserte Waschkraft oder ein verminderter Schaumvermögen, erzielt werden. Derartige Verbesserungen sind beispielsweise möglich durch Kombination von anionischen mit nichtionischen und/oder zwitterionischen Verbindungen untereinander, durch Kombination verschiedener nichtionischer Verbindungen untereinander oder auch durch Mischungen von Waschröhrstoffen gleichen Typs, die sich hinsichtlich der Anzahl der Kohlenstoffatome bzw. der Zahl und Stellung von Doppelbindungen oder Kettenverzweigungen im Kohlenwasserstoff unterscheiden. Ebenso können synergistisch wirkende Gemische anorganischer und organischer Aufbausalze verwendet bzw. mit den vorstehend genannten Gemischen kombiniert werden.

Die Mittel können entsprechend ihrem jeweiligen Verwendungszweck sauerstoffabgebende Bleichmittel enthalten, wie Wasserstoffperoxid, Alkaliperborate, Alkalipercarbonate, Alkaliperphosphate, Harnstoffperhydrat und Alkalopersulfate oder aktivchlorhaltige Verbindungen, wie Alkalihypochlorite, chloriertes Trinatriumphosphat und chlorierte Cyanursäure bzw. deren Alkalosalze. Die Perverbindungen können im Gemisch mit Bleichaktivatoren und Stabilisatoren, wie Magnesiumsilikat, vorliegen.

Weitere geeignete Waschmittelbestandteile sind Vergrauungsinhibitoren, z.B. Natriumcelluloseglykolat, sowie die wasserlöslichen Alkalosalze von synthetischen Polymeren, die freie Carboxylgruppen enthalten. Hierzu zählen die Polyester bzw. Polyamide aus Tri- und Tetracarbonsäuren und zweiwertigen Alkoholen bzw. Diaminen, ferner polymere Acryl-, Methacryl-, Malein-, Fumar-, Itacon-, Citracon- und Aconitsäure sowie die Mischpolymerisate der genannten ungesättigten Carbonsäuren bzw. deren Mischpolymerisate mit Olefinen.

Mittel, die zur Verwendung in Trommelwaschmaschinen bestimmt sind, enthalten zweckmäßigerweise bekannte schaumdämpfende Mittel, so z.B. gesättigte Fettsäuren oder deren Alkali-seifen mit 20 bis 24 Kohlenstoffatomen bzw. Triazinderivate, die durch Umsetzung von 1 Mol Cyanurchlorid mit 2 bis 3 Mol eines aliphatischen, geradkettigen, verzweigten oder cyclischen primären Monoamins oder durch Propoxylierung bzw. Butoxylierung von Melamin erhältlich sind.

Zur weiteren Verbesserung der schmutzlösenden Eigenschaften der erfindungsgemäßen Mittel können diese noch Enzyme aus der Klasse der Proteasen, Lipasen und Amylasen enthalten. Die Enzyme können tierischen und pflanzlichen Ursprungs, z.B. aus Verdauungsfermenten oder Hefen gewonnen sein, wie Pepsin, Pancreatin, Trypsin, Papain, Katalase und Diastase. Vorzugsweise werden aus Bakterienstämmen oder Pilzen, wie *Bacillus subtilis* und *Streptomyces griseus*, gewonnene enzymatische Wirkstoffe verwendet, die gegenüber Alkali, Peroxideverbindungen und anionischen Waschaktivsubstanzen relativ beständig sind und auch bei Temperaturen zwischen 45° und 70°C noch nicht nennenswert inaktiviert werden.

Weiterhin können bactericide Stoffe, insbesondere halogenierte Diphenyläther, halogenierte Diphenylharnstoffderivate und halogenierte Salicylsäureanilide anwesend sein. Zur Griffverbesserung können nichtquartäre höhermolekulare Ammoniumverbindungen zugesetzt werden, z.B. das Talgfettsäureamid des Aminoäthyläthanolamins. Als Hautschutzmittel kommen Mono- und Diäthanolamide bzw. Isopropanolamide höhermolekularer Fettsäuren in Betracht.

Die Waschmittel können in flüssiger, pastöser oder fester, beispielsweise pulverförmiger, insbesondere sprühgetrockneter, granulierter oder stückiger Form vorliegen. Flüssige Präparate können zwecks besserer Löslichkeit mit Wasser mischbare Lösungsmittel, insbesondere Äthanol und i-Propanol sowie Lösungsvermittler, wie die Alkalosalze der Benzol-, Toluol-, Xylool- oder Äthylbenzolsulfonsäure enthalten.

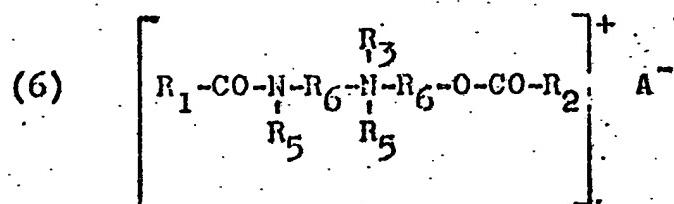
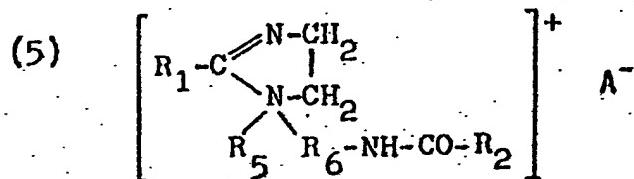
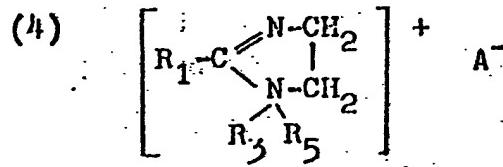
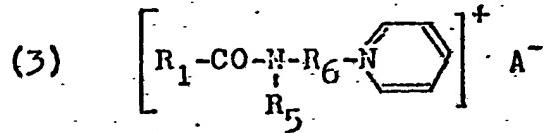
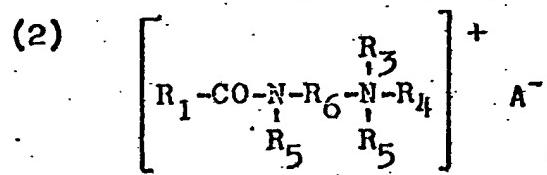
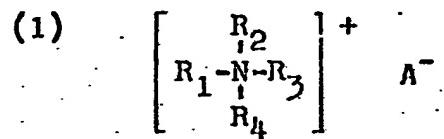
Die Zusammensetzung der verschiedenen Waschmittelbestandteile, deren Anteil insgesamt 99 bis 99,99 Gewichtsprozent, bezogen auf Feststoffanteil, beträgt, kann bei den besonders interessierenden Vollwaschmitteln dem folgenden Schema entsprechen (Angaben in Gewichtsprozent):

1 bis 40 % mindestens einer Verbindung aus der Klasse der anionischen, nichtionischen und zwitterionischen Waschaktivsubstanzen,  
10 bis 80 % mindestens eines nichtoberflächenaktiven, reinigungsverstärkend bzw. komplexierend wirkenden Aufbausalzes,  
10 bis 50 % einer Perverbindung, insbesondere kristallwasserhaltiges oder wasserfreies Natriumperborat, sowie deren Gemische mit Stabilisatoren und Aktivatoren,  
0,1 bis 20 % sonstige Hilfs- und Zusatzstoffe.

Die Waschaktivsubstanzen können bis zu 100 %, vorzugsweise 5 bis 70 % aus Verbindungen vom Sulfonit- und bzw. oder Sulfattyp, bis zu 100 %, vorzugsweise 5 bis 40 % aus nichtionischen Verbindungen vom Polyglykoläthertyp und bis zu 100 %, vorzugsweise 10 bis 50 % aus Seife bestehen. Die Aufbausalze können bis zu 100 %, vorzugsweise 25 bis 95 % aus Alkalimetalltriphosphaten und deren Gemischen mit Alkalimetallpyrophosphaten, bis zu 100 %, vorzugsweise 5 bis 50 % aus einem Alkalimetallsalz eines Komplexierungsmittels aus der Klasse der Polyphosphonsäuren, Nitrilotriessigsäure, Äthylendiaminotetraessigsäure und bis zu 100 %, vorzugsweise 5 bis 75 % aus mindestens einer Verbindung aus der Klasse der Alkalimetallsilikate, Alkalimetallcarbonate und Alkalimetallborate zusammengesetzt sein.

Zu den sonstigen Hilfs- und Zusatzstoffen zählen neben den optischen Aufhellern insbesondere die Schaumhibitoren, die in den erfindungsgemäßen Mitteln in einer Menge bis zu 5 %, vorzugsweise in einer Menge von 0,2 bis 3 % anwesend sein können, ferner die Enzyme, die in einer Menge bis zu 5 %, vorzugsweise 0,2 bis 3 % vorliegen können und die Vergrauungsinhibitoren, deren Anteil bis zu 5 %, vorzugsweise 0,2 bis 3 %, betragen kann.

Die in den Avivagemitteln vorzugsweise enthaltenen höhermolekularen Ammoniumverbindungen können die folgenden Formeln aufweisen:



in denen

$R_1$  und  $R_2$  gleiche oder ungleiche, gesättigte oder ungesättigte aliphatische Kohlenwasserstoffreste mit 11 bis 25, vorzugsweise 15 bis 21 Kohlenstoffatomen,

$R_3$  eine Alkyl- oder Hydroxylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen,

$R_4 = R_3$  oder eine Benzylgruppe,

$R_5 = R_3$  oder ein Wasserstoffatom,

$R_6$  eine Alkylengruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen

und A ein Anion, beispielsweise ein Halogenid-, Acetat- oder Alkylsulfat-Ion oder ein Äquivalent eines Sulfat- oder Phosphat-Ions bzw. das Anion einer mehrwertigen Carbonsäure, z.B. der Oxal- oder Citronensäure bedeuten.

Auch Gemische verschiedener oberflächenaktiver Ammoniumverbindungen können eingesetzt werden, vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Mittel quartäre Ammoniumsalze gemäß Formel 1, in denen die Reste  $R_1$  und  $R_2$  geradkettige, gesättigte Kohlenwasserstoffreste mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen und die Reste  $R_3$  und  $R_4$  Methyl- oder Äthylgruppen darstellen.

Die quartären Ammoniumverbindungen können auch ganz oder teilweise durch Kondensationsprodukte ersetzt werden, die durch Umsetzung von gehärtetem Talgfettsäuretriglycerid mit Aminoäthyläthanolamid im Molverhältnis 1 : 1 erhalten und mit anorganischen oder organischen Säuren, insbesondere Glykolsäure, neutralisiert wurden.

Die Gemische aus höhermolekularen Ammoniumverbindungen und optischem Aufheller können in wasserfreier Form oder auch in Anwesenheit von Wasser oder mit Wasser mischbaren Lösungsmitteln vermischt werden. Im ersten Falle erhält man Gemische von fester bis schmalzartiger Konsistenz, die ggf. durch Zusatz inerter Füllstoffe verfestigt bzw. in körnige, schüttfähige Pulver überführt werden können. Vorzugsweise liegen die Gemische jedoch in Form wasserhaltiger, gießbarer Dispersionen oder Pasten vor. Derartige Dispersionen enthalten im allgemeinen 3 bis 15, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.-% an oberflächenaktiver Ammoniumverbindung.

Die Lagerstabilität der wässrigen Dispersionen kann ggf. durch Zugabe geringer Mengen an Stabilisatoren verbessert werden. Geeignete Stabilisatoren sind beispielsweise Fett-säurealkylolamide, insbesondere Fettsäuremono- oder -diäthanolamid, Fettsäuremono- oder -dipropanolamid und Fettsäuremono- oder -diisopropanolamid, ferner Polyäthylenglykole vom Molgewicht 200 bis 10 000 sowie Polyäthylenglykol-ätherderivate von höhermolekularen Alkoholen, Aminen, Fett-säuren und Alkylphenolen bzw. von Alkylpartialäthern oder Fettsäurepartialestern mehrwertiger Alkohole. In den vorgenannten Polyglykolätherderivaten kann der hydrophobe Kohlenwasserstoffrest 10 bis 24 Kohlenstoffatome und der Polyglykolätherrest 2 bis 50 Äthylenglykoläthergruppen aufweisen. Die Dispersionen können die Stabilisatoren in Mengen von 0,05 bis 5 %, vorzugsweise 0,1 bis 1 %, enthalten.

Den wässrigen Dispersionen können weiterhin die üblichen Zusatzstoffe und Lösungsmittel zugesetzt werden. Geeignet sind neutrale Salze, wie Natriumchlorid, Natriumsulfat, Natriumborat, Natriumacetat, Natriumcitrat sowie die entsprechenden Kalium- und Ammoniumsalze in Mengen bis zu 2 %, vorzugsweise 0,05 bis 1 %. Weiterhin kommen organische Lösungsmittel, wie niedermolekulare Alkohole, insbesondere Äthanol und Isopropanol, Ätheralkohole, Glykole, Di- und Triglykol, Glycerin, Polyglycerin und Glycerinäther, Ketone und Alkylol-harnstoffe in Mengen bis zu 10 %, vorzugsweise 0,5 bis 5 % in Frage. Außerdem können den Mitteln geeignete Konservierungsmittel, Farb- und Duftstoffe zugesetzt werden.

Soweit die genannten Wasch- und Weichmachungsmittel auch zur gleichzeitigen Behandlung von Textilien aus Synthesefasern bzw. Mischgeweben aus Cellulose- und Synthesefasern verwendet werden sollen, können noch optische Aufheller zugesetzt werden, die auf Synthesefasern, nicht jedoch auf Cellulosefasern aufziehen. Hierzu zählen Aufheller vom Typ der 1,3-Diarylpyrazoline, Cumarine, Carbostyrole, Benzoxazole und Benzimidazole.

Als weiteres Anwendungsbereich kommt der Einsatz der optischen Aufheller in Textilsteifungs- und Appreturmitteln infrage. Derartige Mittel enthalten üblicherweise in Wasser lösliche bzw. dispergierbare Polymere natürlichen oder synthetischen Ursprungs, wie Stärke, beispielsweise Mais- oder Reisstärke, oxalkylierte Stärke, Carboxymethylecellulose, Methyl- oder Äthylcellulose, Oxyäthylcellulose, Polyäthylenoxide, insbesondere solche vom Molekulargewicht 2000 bis 20 000, Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat, teilverseiftes Polyvinylacetat, Polyvinylpyrrolidon, Polyacrylnitril, Polyacrylsäure sowie Mischpolymerisate aus den genannten Vinylpolymeren. Auch Gemische verschiedener Polymerer sind gebräuchlich. Zur Verbesserung der Eigenschaften dieser Mittel können Neutralsalze, wie Natriumchlorid, Borax oder Natriumacetat, Lösungs- und Weichmachungsmittel, wie Methanol, Äthanol oder Isopropanol, Ätheralkohole, Glykole, Glykoläther, Glycerin und sonstige Polyalkohole, ferner anionische und/oder nichtionische Netzmittel, Konservierungsmittel, Duftstoffe und Bügelhilfsmittel, wie Paraffine und Hartwachs, zugesetzt werden. Die Mittel können als Pulver, Paste oder als wässrige Dispersionen vorliegen. Ihr Gehalt an der erfundungsgemäßen Aufhellerkombination beträgt 0,01 bis 1 Gewichtsprozent, bezogen auf Festsubstanz.

BeispieleBeispiel 1

Zu einer Lösung von 18,5 g (0,1 Mol) Cyanurchlorid in 80 ml Aceton wurde nach Versetzen mit 100 ml H<sub>2</sub>O und 100 g Eis bei 0 bis 5°C unter Rühren eine Lösung von 18,5 g (0,05 Mol) 4,4'-Diamino-stilben-2,2'-disulfonsäure und 19 g Borax in 200 ml Wasser zugefügt und 50 Minuten bei dieser Temperatur nachgerührt. Anschließend fügte man eine konzentrierte wäßrige Lösung von 5,3 g (0,05 Mol) Soda zu, ließ bei 20°C innerhalb von 10 Minuten eine Lösung von 12 g Borsäure und 8,4 g (0,1 Mol) 3-Amino-s-triazol in 10 %igem wäßrigem Glycerin zu laufen und rührte nach Versetzen mit 5,3 g (0,05 Mol) Soda 1 Stunde weiter. Zum Reaktionsgemisch wurden 47,3 g (0,15 Mol) Diäthanolamin als 40 %ige wäßrige Lösung und 5,3 g (0,05 Mol) Soda gegeben, worauf 10 Stunden auf 70°C erwärmt wurde.

Der nach dem Abkühlen unter Zusatz von 120 g Kochsalz ausfallende Niederschlag wurde mit heißem Isopropanol ausgewaschen. Nach dem Trocknen bei 60°C wurde das Di-natriumsalz der 4,4'-Bis-[4-diäthanolamino-6-(s-triazol-3-ylamino)-s-triazin-2-ylamino]-stilben-2,2'-disulfonat als hellgelbes Pulver in einer Ausbeute von 34,5 g erhalten.

Bei der synthetisierten Verbindung steht im vorstehenden Formelbild R<sub>1</sub> für eine Diäthanolaminogruppe, R<sub>2</sub> für ein Wasserstoffatom und R<sub>3</sub> für eine in 3-Stellung angelagerte Triazolylgruppe.

Beispiel 2

Wie in Beispiel 1 beschrieben, wurde das Umsetzungsprodukt aus 0,1 Mol Cyanurchlorid und 0,05 Mol Di-Natrium-4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonsäure (im folgenden "Vorkondensat" genannt) mit 8,4 g (0,1 Mol) 3-Amino-s-triazol und anschließend mit 14 g (0,15 Mol) Anilin umgesetzt. Das Reaktionsprodukt wurde

mit 120 g Natriumchlorid ausgesalzt. Im Formelbild stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für eine Anilinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für eine in 3-Stellung angelagerte Triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 31,5 g.

### Beispiel 3

Wie in Beispiel 1 und 2 beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 8,4 g (0,1 Mol) 3-Amino-s-triazol und 13,7 g (0,15 Mol) p-Aminobenzoësäure, die mit NaOH neutralisiert worden war, umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Es wurde ohne Zusatz von Borax und Borsäure gearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für das Natriumsalz der p-Carboxy-anilinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für eine in 3-Stellung angelagerte Triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 57,9 g.

### Beispiel 4

Wie in Beispiel 1 und 2 beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 17,3 g (0,1 Mol) p-Sulfanilsäure zusammen mit 4 g NaOH und 22 g (0,14 Mol) 3-Amino-5-phenyl-s-triazol umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für das Natriumsalz der p-Sulfo-anilinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für eine in 3-Stellung angelagerte 5-Phenyl-s-triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 16,6 g.

### Beispiel 5

Wie in Beispiel 1 und 2 beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 8,4 g (0,1 Mol) 4-Amino-s-triazol und 15,75 g (0,15 Mol) Diäthanolamin umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für eine Diäthanolaminogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für eine in 4-Stellung angelagerte Triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 40,4 g.

Beispiel 6

Wie vorstehend beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 17,3 g (0,1 Mol) Sulfanilsäure zusammen mit 4 g NaOH und 12,6 g (0,15 Mol) 4-Amino-s-triazol umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema steht M für Natrium, R<sub>1</sub> für das Natriumsalz der p-Sulfo-anilinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für eine in 4-Stellung angelagerte Triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 63,7 g.

Beispiel 7

Wie vorstehend beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 8,4 g (0,1 Mol) 3-Amino-s-triazol und 13,06 g (0,15 Mol) Morpholin umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für eine Morphinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für eine in 3-Stellung angelagerte s-Triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 30,4 g.

Beispiel 8

Wie vorstehend beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 12,8 g (0,1 Mol) 3-Amino-s-triazol-5-carbonsäure, die mit NaOH neutralisiert worden war, und 13,06 g (0,15 Mol) Morpholin umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für eine Morphinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für das Natriumsalz einer in 3-Stellung angelagerten 5-Carboxy-s-triazolyl-Gruppe. Die Ausbeute betrug 36,2 g.

Beispiel 9

Wie vorstehend beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 12,8 g (0,1 Mol) 3-Amino-s-triazol-5-carbonsäure, die mit NaOH neutralisiert worden war, und 15,75 g (0,15 Mol) Diäthanolamin umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für eine Diäthanolaminogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für das Natriumsalz einer in 3-Stellung angelagerten 5-Carboxy-s-triazolyl-Gruppe. Die Ausbeute betrug 36,6 g.

Beispiel 10

Wie vorstehend beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 17,42 g (0,1 Mol) 3-N-Benzylamino-s-triazol und 15,75 g (0,15 Mol) Diäthanolamin umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für eine Diäthanolaminogruppe, R<sub>2</sub> für eine Benzylgruppe und R<sub>3</sub> für eine in 3-Stellung angelagerte s-Triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 38,5 g.

Beispiel 11

Wie vorstehend beschrieben, wurden 0,05 Mol Vorkondensat mit 8,4 g (0,1 Mol) 3-Amino-s-triazol und 10,2 ml (0,15 Mol) 25 %igem, wäßrigem Ammoniak umgesetzt und das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Im vorstehenden Formelschema stehen M für Natrium, R<sub>1</sub> für eine Aminogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff und R<sub>3</sub> für eine in 3-Stellung angelagerte s-Triazolylgruppe. Die Ausbeute betrug 55 g.

Die Aufheller wurden wie folgt geprüft.

A. Nichtaufgehelltes Baumwollgewebe wurde 10 mal hintereinander bei 90 bis 100°C 15 Minuten bei einem Gewichtsverhältnis von Textilgut zu Waschflotte von 1 : 10 und einer Waschmittelkonzentration von 5 g / l gewaschen und anschließend gespült und getrocknet. Das Waschmittel wies die folgende Zusammensetzung auf (Angaben in Gewichtsprozent):

10	% n-Dodecylbenzolsulfonat (Na-Salz)
3	% Oleylalkohol mit 10 Äthylenglykoläthergruppen
3	% Na-Seife aus gesättigten C <sub>12</sub> -C <sub>22</sub> -Fettsäuren
45	% Pentanatriumtriposphat
22	% Natriumperborat
3,5	% Natriumsilikat (Na <sub>2</sub> O:SiO <sub>2</sub> = 1:3,3)
2,5	% Magnesiumsilikat
0,5	% Na-Äthylendiaminetetraacetat
0,5	% Natriumcelluloseglykolat
2,4	% Natriumsulfat
7,5	% Wasser
0,1	% des erfindungsgemäßen optischen Aufhellers

B. Nichtaufgehelltes Baumwollgewebe wurde bei 25°C in einer Lösung gespült, der 5 g/l eines wäßrigen Avivagemittels zugesetzt worden waren. Das AvivagemitteI enthielt 8 Gewichtsprozent Dimethyl-distearyl-ammoniumchlorid, 0,1 Gewichtsprozent 2-Hydroxy-2',4,4'-trichlordiphenyläther, 0,2 Gewichtsprozent eines Polyäthylenglykoläthers und 0,2 Gewichtsprozent des erfindungsgemäßen Aufhellers.

Der Weißgrad W der gewaschenen bzw. avivierten Textilproben wurde auf photometrischem Wege bestimmt, wobei drei genormte Farbfilter verwendet und die Ergebnisse nach der von BERGER angegebenen Formel

$$W = R_y + 3 (R_z - R_x)$$

errechnet wurden. In der Formel bedeutet  $R_x$  den Reflexionswert für das rote,  $R_y$  den für das grüne und  $R_z$  den für das blaue Normfarbfilter. Die Ergebnisse der Weißgradmessungen sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

C. Mit einem Waschmittel der vorstehend angegebenen Zusammensetzung, das 0,1 % eines Aufhellungsmittels nach Beispiel 2 enthielt, wurden Textilproben aus Polyamidgewebe gewaschen, wobei die Waschtemperatur 60°C und das Verhältnis von Textilgut zu Waschflotte 1 : 40 betrug und im übrigen die gleichen Versuchsbedingungen eingehalten wurden. Die Zunahme des Weißgrades gegenüber dem Anfangswert betrug nach der Waschbehandlung 24 Einheiten.

1955431

Henkel &amp; Cie GmbH

Seite 23 zur Patentansoelung D 3851

## Weißwert bei Baumwolle

Beispiel	nach der Waschbehandlung	nach der Avivage
Anfangswert	78,2	74,5
1	130,0	103,2
2	132,0	105,0
3	133,1	109,1
4	148,2	108,5
5	136,8	112,1
6	148,8	110,8
7	140,5	110,5
8	147,1	-
9	138,8	-
10	139,2	-
11	128,6	-

- 24 -

109819/2223

In der folgenden Tabelle sind Beispiele über erfindungsgemäße Wasch-, Bleich- und Avivagemittel zusammengestellt. Die Bestandteile a bis e und g bis l lagen als Natriumsalze vor, das Pyrophosphat (Bestandteil m) kam in Beispiel 14 als Kaliumsalz, in allen anderen Beispielen als Natriumsalz zur Anwendung. Als Enzym (Bestandteil s) diente ein aus *Bacillus subtilis* gewonnenes Präparat Maxatase ® der Koninklijke Nederlandse Gist en Spiritusfabriek N.V. Delft, mit einer Aktivität von 100.000 LVE/g. Das Weichmachungsmittel (Bestandteil w) bestand in Beispiel 15 und 16 aus einem Umsetzungsprodukt von gehärtetem Talgfettsäuretriglycerid mit Aminoäthyläthanolamin im Molverhältnis 1 : 1, das mit Glykolsäure neutralisiert worden war, in Beispiel 20 aus einem Gemisch dieses Umsetzungsproduktes mit einem Di-talgalkyl-dimethyl-ammoniumchlorid im Gewichtsverhältnis 3 : 5. Bei dem Schaumdämpfungsmitel (Bestandteil y) handelt es sich um ein Umsetzungsprodukt von 1 Mol Cyanurchlorid mit 2,7 Mol eines primären n-Alkylamins der Kettenlänge C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>.

1955431

Henkel &amp; Cie GmbH.

Seite 25 zur Patentanschuldigung D 3851

Bestandteil	Beispiele (Angaben in Gew.-%)									
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
a) Optischer Aufhellcr	0,5	0,3	0,2	0,1	0,2	0,5	0,4	0,2	0,1	0,1
b) n-Dodecybenzolsulfonat	6	-	5	15	-	-	-	10	-	-
c) C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub> -Oleinsulfonat	3	-	-	-	8,5	-	7,5	-	-	-
d) C <sub>14</sub> -C <sub>17</sub> -Alkansulfonat	-	10	5	-	-	0,5	-	-	-	-
e) Cocoferalkoholglykoläthersulfat (2 ÄO)	-	-	5	10	-	-	-	-	-	-
f) Oleylalkoholpolyglykoläther (10 ÄO)	3	4	-	5	1,5	-	2,5	-	0,7	-
g) C <sub>12</sub> -C <sub>15</sub> -Seife	3	-	-	-	2	-	4	-	-	-
h) C <sub>20</sub> -C <sub>22</sub> -Seife	-	2,2	-	-	2	-	0,5	-	-	-
i) Nitritonitacetat	25	-	-	-	10	-	-	-	-	-
j) Äthylendiaminotetraacetat	-	0,5	1	0,4	-	0,5	0,5	-	-	-
k) Tripolyphosphat	10	20	-	-	25	-	45	-	-	-
l) Pyrophosphat	-	-	20	-	-	-	8	2	-	-
m) Soda	-	20	-	-	-	25	-	35	-	-
n) Natriumsilikat	5	4,5	-	-	5	20	3,5	25	-	-
o) Natriumsulfat	4,4	-	-	-	45	12	-	0,4	-	0,5
p) Natriumpcitrat	25	30	-	-	-	20	50	25	10	-
q) Magnesiumsilikat	3	-	-	-	2	-	3,0	4	-	-
r) Enzym	1,5	-	-	-	0,5	-	0,5	-	-	-
s) Na-Celulooseglykolar	1,5	0,5	-	-	-	-	0,5	-	-	-
t) Na-Toluolsulfonat	-	-	7	-	-	-	-	-	-	-
u) Cocoferalkoholglykoläther (2 ÄO)	-	-	-	7	-	-	-	-	-	2,5
v) Wachsnachzugemittel	-	-	-	-	5	3	-	-	-	6,5
w) Farb- und Duftstoffe	0,1	0,1	0,2	-	-	-	0,1	0,1	0,1	-
x) Schaumbildungsmittel	0,5	-	-	-	-	-	0,2	-	-	-
y) Wasser	8,5	7,9	56,6	14,5	8,3	9,5	3,4	33,7	89,6	-

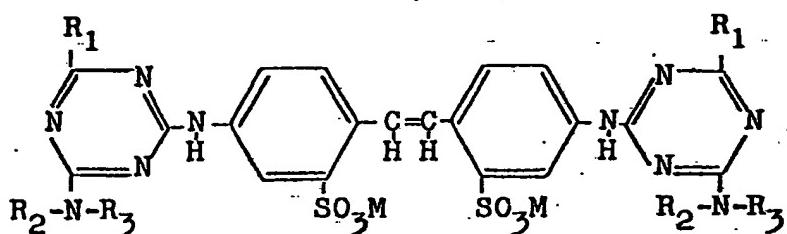
- 26 -

BAD ORIGINAL

109819 / 2223

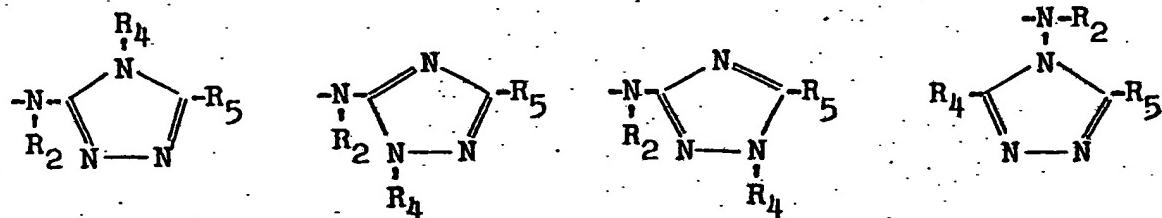
Patentansprüche

1. Optische Aufhellungsmittel, bestehend aus einem 4,4'-Bis-triazinylamino-stilben-2,2'-disulfonsäurederivat der Formel



in der M für Wasserstoff oder ein Alkalimetall oder eine Ammoniumgruppe, R<sub>1</sub> für -NH<sub>2</sub>, -NHC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-SO<sub>3</sub>M, -NH-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-COOM, -NHC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH, -NCH<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH, -N(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH)<sub>2</sub> oder eine Morpholinogruppe, R<sub>2</sub> für Wasserstoff, eine Alkyl- oder Alkylenphenylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen in der Alkyl- bzw. Alkylengruppe und R<sub>3</sub> für eine s-Triazolgruppe steht, wobei eines der Wasserstoffatome der Triazolgruppe gegebenenfalls durch eine 1 bis 3 Kohlenstoffatome enthaltende Alkylgruppe oder eine Phenylgruppe, das andere Wasserstoffatom der Triazolgruppe gegebenenfalls durch eine Carboxylgruppe substituiert sein kann.

2. Mittel nach Anspruch 1, in dem die Gruppe  $R_2-N-R_3$  einer der folgenden isomeren Strukturen entspricht:



in denen die Gruppen R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> entweder Wasserstoff, eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen oder eine Phenylgruppe bedeuten bzw. eine der Gruppen R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> für eine Carboxylgruppe steht.

3. Mittel nach Anspruch 1 und 2, in denen M für Natrium steht.

4. Verfahren zur Herstellung von optischen Aufhellern nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Umsetzungsprodukt aus 1 Mol 4,4'-Diaminostilben-2,2'-disulfonsäure und 2 Mol Cyanurchlorid im alkalischen Milieu nacheinander mit je einer Aminoverbindung umsetzt, von denen eine aus Ammoniak oder einer solchen der Formel  $H_2N-C_6H_5$ ,  $H_2N-C_6H_4-SO_3M$ ,  $H_2N-C_6H_4-COOM$ ,  $H_2N-C_6H_4-COOM$ ;  $H_2NC_2H_4OH$ ,  $HN(CH_3)C_2H_4OH$ ,  $HN(C_2H_4OH)_2$  oder Morpholin, die zweite Aminoverbindung aus einem ggf. substituierten 3-Amino-s-triazol oder 4-Amino-s-triazol besteht und wobei die Menge der an erster Stelle anzuwendenden Aminoverbindung 2 Mol, die Menge der an zweiter Stelle anzuwendende Aminoverbindung 2 bis 3 Mol beträgt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung mit einer Aminotriazolverbindung gemäß Anspruch 2 durchführt, in der die freie Valenz durch ein Wasserstoffatom abgesättigt ist.

6. Textilwaschmittel, enthaltend optische Aufheller gemäß Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der auf Feststoff bezogene Gehalt an optischen Aufhellern 0,005 bis 2, vorzugsweise 0,01 bis 1 Gew.-% beträgt.

7. Mittel nach Anspruch 6, worin die nicht aus den optischen Aufhellern bestehenden Waschmittelbestandteile zu 1 bis 40 Gew.-% aus mindestens einer Verbindung aus der Klasse der anionischen, nichtionischen und zwitterionischen oberflächenaktiven Waschaktivsubstanzen,

10 bis 80 Gew.-% aus mindestens einem nichtoberflächenaktiven, reinigungsverstärkend bzw. komplexierend wirkenden Aufbausalz,  
10 bis 50 Gew.-% aus Perverbindungen sowie deren Gemische mit Stabilisatoren und Aktivatoren und  
0,1 bis 20 Gew.-% aus Zusatzstoffen aus der Klasse der Schauminhbitoren, Vergrauungsinhibitoren, Enzyme, Biocide, avivierend wirkenden Stoffe und Neutralsalze bestehen.

8. Mittel nach Anspruch 7, worin die Waschaktivsubstanzen bis zu 100 %, vorzugsweise 25 bis 70 % aus solchen vom Sulfonat- und bzw. oder Sulfattyp, bis zu 100 %, vorzugsweise 5 bis 40 % aus nichtionischen Verbindungen vom Polyglykoläthertyp und bis zu 100 %, vorzugsweise 10 bis, 50 % aus Seife bestehen.
9. Mittel nach Anspruch 7, worin das Aufbausalz bis zu 100 %, vorzugsweise 25 bis 95 % aus Alkalimetalltriphasphaten und deren Gemischen mit Alkalimetallpyrophosphaten, bis zu 100 %, vorzugsweise 5 bis 50 % aus einem Alkalimetallsalz eines Komplexierungsmittels aus der Klasse der Polyphosphonsäuren, Nitritotriessigsäure, Äthylendiamintetraessigsäure und bis zu 100 %, vorzugsweise 5 bis 75 % aus mindestens einer Verbindung aus der Klasse der Alkalimetallsilikate, Alkalimetallcarbonate und Alkalimetallborate, besteht.
10. Mittel nach Anspruch 7, worin die Perverbindung aus wasserfreiem und bzw. oder kristallwasserhaltigem Natriumperborat besteht.

11. Mittel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie bis zu 5 %, vorzugsweise 0,2 bis 3 % aus mindestens einem Schauminhbitor aus der Klasse der gesättigten, 20 bis 22 Kohlenstoffatome enthaltenden Fettsäuren und deren Alkalimetallsäifen, sowie der substituierten Triazine, erhältlich

1955431

Henkel & Cie GmbH

Seite 30 zur Patentanmeldung D 3851

durch Umsetzung von 1 Mol Cyanurchlorid mit 2 bis 3 Mol eines primären Monoamins bzw. durch Propoxylierung und bzw. oder Butoxylierung von Melamin, bestehen.

12. Mittel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie bis zu 5 %, vorzugsweise 0,2 bis 3 % an Enzymen enthalten.

13. Mittel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie bis zu 5 %, vorzugsweise 0,2 bis 3 % an Vergrauungsinhibitoren enthalten.

14. Mittel, dadurch gekennzeichnet, daß sie auf Feststoffe bezogen, 0,01 bis 1 Gew.-% an optischen Aufhellern gemäß Anspruch 1 bis 3 und 99 bis 99,99 Gewichtsprozent an aviierend wirkenden, höhermolekularen Ammoniumverbindungen sowie deren Gemische mit Emulgatoren, Stabilisatoren, Neutralsalzen und sonstigen Zusatzstoffen enthalten.

BAD ORIGINAL

109819/2223